



# Potentiel de l'analyse des phytolithes contenus dans les pâtes céramiques et les matériaux de construction

Claire Delhon

## ► To cite this version:

Claire Delhon. Potentiel de l'analyse des phytolithes contenus dans les pâtes céramiques et les matériaux de construction. Dégraissants organiques : identifications, nomenclatures et référentiels, S.n., pp.86-93, 2008, Cahiers des thèmes transversaux ArScAn, n°VII : 2005-2006. halshs-00311640

**HAL Id: halshs-00311640**

**<https://shs.hal.science/halshs-00311640>**

Submitted on 21 Aug 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Potentiel de l'analyse des phytolithes contenus dans les pâtes céramiques et les matériaux de construction

Claire DELHON  
(ArScAn - Proto Européenne)

De nombreux végétaux peuvent être utilisés, sous diverses formes, comme dégraissant des matériaux argileux. Lors de la cuisson de la pâte, la matière organique est totalement ou en partie détruite. Très souvent, il ne subsiste de ces plantes que des empreintes dans l'argile cuite, visibles à l'œil nu, et des restes microscopiques se signalant parfois par des traînées blanchâtres à l'intérieur des empreintes : les phytolithes.

## 1. Définition

Les phytolithes sont des particules d'opale de silice qui se forment à l'intérieur de tissus végétaux vivants. Il ne s'agit pas de fossiles des cellules végétales qui se seraient formés *post-mortem*, mais bien de concrétions dont la formation est étroitement liée à la physiologie de la plante.

Les phytolithes se forment à partir de l'acide monosilicique  $\text{Si(OH)}_4$  présent en solution dans l'eau du sol qui est absorbée par la plante pour former la sève. Au niveau des tissus transpirants, et donc principalement des épidermes, l'eau s'évapore et la silice se concentre à l'intérieur et entre les cellules végétales, pour donner un gel de silice de plus en plus concentré qui finit par précipiter sous forme d'opale de silice,  $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ . D'autres éléments peuvent être présents dans l'opale, en particulier du magnésium, du calcium, du sodium, du potassium, du manganèse, du fer, et surtout de l'aluminium (Bartoli, 1981 ; Piperno, 1988). Il semble, en effet, que les phytolithes peuvent servir à stocker et à neutraliser certains composés toxiques pour la plante (Lewin et Reimann, 1969 ; Sangster et Hodson, 2001).

La présence de ces éléments peut modifier les propriétés physico-chimiques des phytolithes, mais plutôt dans le sens d'une meilleure conservation (Bartoli et Wilding, 1980 ; Sangster et Hodson, 2001). Par contre, la présence de carbone organique, correspondant au matériel cellulaire inclus dans le moulage siliceux des

cellules végétales, pourrait être un facteur de fragilisation des phytolithes.

Propriétés. L'opale de silice biogénique est peu soluble, sauf à des pH très faibles ou très élevés (Bartoli et Wilding, 1980). La silice amorphe est un verre végétal, matériau imputrescible qui se conserve même lorsque les composés organiques des végétaux ont disparu. Il faut noter toutefois sa dissolution à l'acide fluorhydrique, anecdotique en contexte naturel, mais importante en laboratoire. Ce réactif est en effet utilisé pour l'extraction des pollens, opération qui est donc défavorable à l'observation des phytolithes.

La température de fusion des phytolithes est difficile à déterminer car elle varie beaucoup en fonction des divers éléments qui peuvent se trouver mélangés à l'opale de silice. Il semble toutefois qu'elle soit toujours élevée. Un chauffage à 900°C a pour conséquence une distorsion d'une partie des formes allongées, mais les morphotypes restent tout à fait identifiables (Elbaum et al., 2003).

Enfin, étant amorphe, l'opale de silice est isotrope. En lumière polarisée-analysée les phytolithes présentent une extinction totale qui permet en cas de doute de les différencier des autres particules transparentes présentes dans les mêmes préparations.

Les phytolithes dans les matériaux argileux. La présence de nombreux phytolithes dans les matériaux argileux (pâtes céramiques, mais aussi matériaux de construction) doit être mise en relation avec l'ajout de dégraissant végétal. En effet, bien qu'ils soient présents en faibles quantités dans la plupart des sédiments, la concentration des phytolithes dans l'argile mise en œuvre n'est pas comparable à celle que l'on trouve dans les produits élaborés avec du dégraissant végétal. Comparativement aux phytolithes apportés par le dégraissant, les phytolithes apportés par la

terre sont présents en quantité négligeable dans les pâtes céramiques. De plus, les phytolithes issus de sols ou de sédiments ont subi des processus taphonomiques (en particulier ceux liés à la pédogenèse) ; ils se présentent sous forme de particules isolées, alors que les phytolithes du dégraissant sont mieux conservés. On observe souvent des cellules en connexion, parfois même des fragments d'épidermes, ainsi que des formes qui ne se conservent habituellement pas dans d'autres contextes (stomates silicifiés, par exemple).

Bien que l'étude des dégraissants végétaux soit une thématique souvent évoquée comme prometteuse par les phytolithiciens, il s'agit en fait d'une problématique peu développée, à un stade encore exploratoire et dont les méthodes sont loin de la routine. Les pistes présentées ici sont une revue des potentialités de l'analyse des phytolithes pour l'étude des dégraissants végétaux telles qu'elles nous apparaissent à l'heure actuelle, grâce à quelques études ponctuelles menées à la MAE (DEA de E. Hayes, Université Paris I, 2005 : cf. Vandoosselaere et Hayes, ce volume) et grâce aux pistes évoquées, mais rarement développées, dans la littérature.

Méthodes d'étude : extraction et observation des phytolithes. Les phytolithes sont souvent visibles sur les lames minces de céramique (Fig. 1). Leur observation in situ dans les vacuoles laissées par la destruction de la matière organique est une preuve de leur introduction dans la pâte lors de la fabrication de l'objet, qui s'oppose à une

éventuelle percolation post-déposition, à travers les pores du matériau. Les phytolithes peuvent même parfois laisser des traces visibles à l'œil nu, sans aucune préparation, sous forme de traînées blanchâtres à l'intérieur des empreintes végétales présentes sur certaines céramiques et sur des briques de terre. Toutefois, seule une extraction spécifique peut permettre une véritable analyse phytolithique. De petite taille, transparents, ils sont souvent masqués par l'argile, ou se présentent en lame mince sous une orientation ne permettant pas de les reconnaître.

L'extraction des phytolithes se fait par dissolution des carbonates à l'acide chlorhydrique et de la matière organique à l'eau oxygénée concentrée à chaud. Ensuite, l'élimination des argiles est l'étape la plus problématique. Les phytolithes étant dissous par l'acide fluorhydrique (réactif utilisé par les palynologues pour détruire les argiles), seule une décantation ou une filtration à 5µm peut les séparer des argiles sans risque. Ces deux procédés s'avèrent parfois particulièrement longs (surtout dans le cas d'un matériau très argileux). Enfin, si nécessaire, les phytolithes sont concentrés et séparés des quartz par flottation sur une liqueur dense, le bromure de Zinc ( $d=2.35$ ).

Suivant la richesse de l'échantillon, l'une ou l'autre de ces étapes peut être évitée ou écourtée. Le but n'est pas d'obtenir des phytolithes purs mais une préparation suffisamment propre pour pouvoir être observée.

Les phytolithes sont ensuite montés entre lame et lamelle, observés et identifiés au microscope optique à transmission, à des grossissements de 400 à 600 ou 1000 fois.

## 2. Principales formes rencontrées

Les phytolithes sont classés selon leur forme en différents morphotypes (Madella *et al.*, 2005). Il est difficile d'identifier précisément un phytolithe isolé, par exemple au genre ou à l'espèce. En effet, une même plante peut produire plusieurs morphotypes différents, c'est ce que l'on appelle la redondance, et un même morphotype peut exister chez plusieurs plantes différentes, c'est ce que l'on appelle la multiplicité (Rovner, 1971 ; Brown 1984 ; Mulholland *et al.*, 1988 ; Mulholland, 1989).

Il est toutefois possible de discriminer certains grands groupes de végétaux, ce qui peut apporter des informations intéressantes.

Les dicotylédones, c'est-à-dire tous les feuillus et les herbacées autres que les graminées et



Fig. 1. Phytolithes visibles in situ dans les vacuoles d'un tesson de céramique (lame mince, cliché B. van Doosselaere).

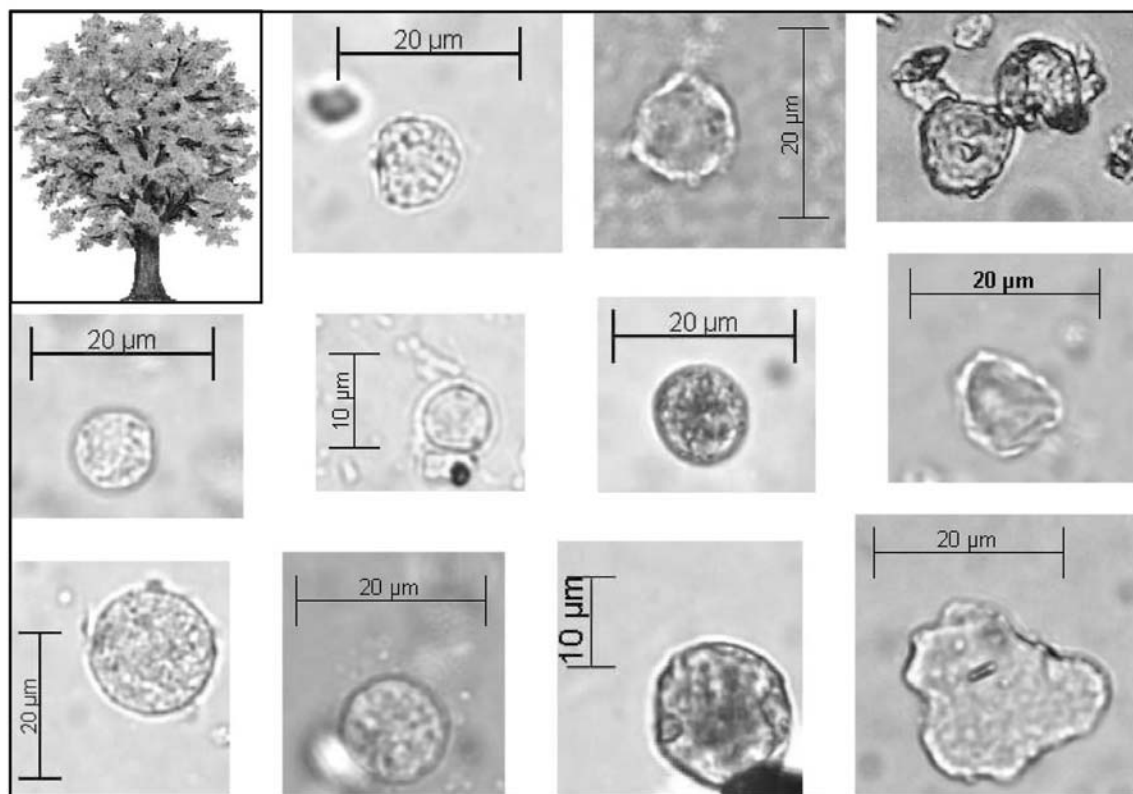


Fig. 2. Phytolithes de dicotylédones

les familles associées, sont problématiques. Ils produisent des phytolithes sphériques, à surface lisse ou granuleuse (Geis, 1973 ; Scurfield, *et al.* 1974 ; Bozarth, 1992 ; Piperno, 1988, Barboni *et al.*, 1999 ; Mercader *et al.*, 2000), qui ne permettent pas une détermination plus précise (Fig. 2). Dans des contextes peu perturbés, des cellules épidermiques silicifiées se conservent également. Les palmiers se caractérisent par des formes sphériques épineuses (Fig. 3) mais une détermination au-delà de la famille n'est envisageable qu'en faisant appel à des analyses morphométriques (Delhon, 2003).

Les plantes qui nous intéressent le plus dans le cas de l'étude des matériaux argileux sont les graminées, car elles constituent le dégraissant

végétal le plus couramment utilisé (il s'agit en fait principalement de céréales). Or cette famille est aussi la plus fortement productrice de phytolithes, non seulement en quantité, mais aussi par la diversité des formes rencontrées. Les phytolithes forment le squelette des graminées. Ce sont eux qui rendent la plante plus ou moins rigide, et qui rendent parfois les graminées responsables de profondes coupures.

### 3. Les phytolithes de graminées

**Détermination taxonomique.** Les phytolithes de graminées sont habituellement classés selon des classifications inspirées de celle de Twiss (Twiss *et al.*, 1969 ; Twiss, 1992), qui distingue 2 types de phytolithes : les cellules longues et les cellules courtes. Au niveau de l'épiderme des graminées, on observe une alternance de cellules longues et de cellules courtes (Fig. 4). Des poils épidermiques sont très souvent présents.

Les principales formes de cellules courtes sont les cellules dites panicoides, festucoïdes et chloridoïdes (Fig. 5). L'intérêt des cellules courtes est leur correspondance avec les sous-familles de graminées (festucoidées, panicoidées, chloridoidées), qui elles-mêmes se distribuent

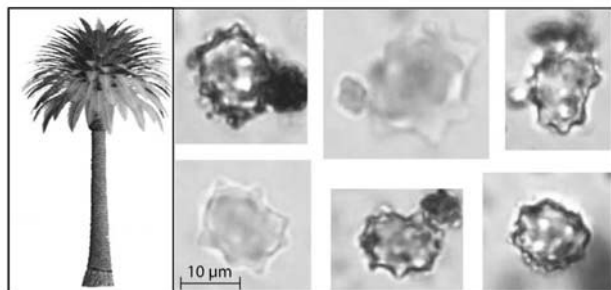
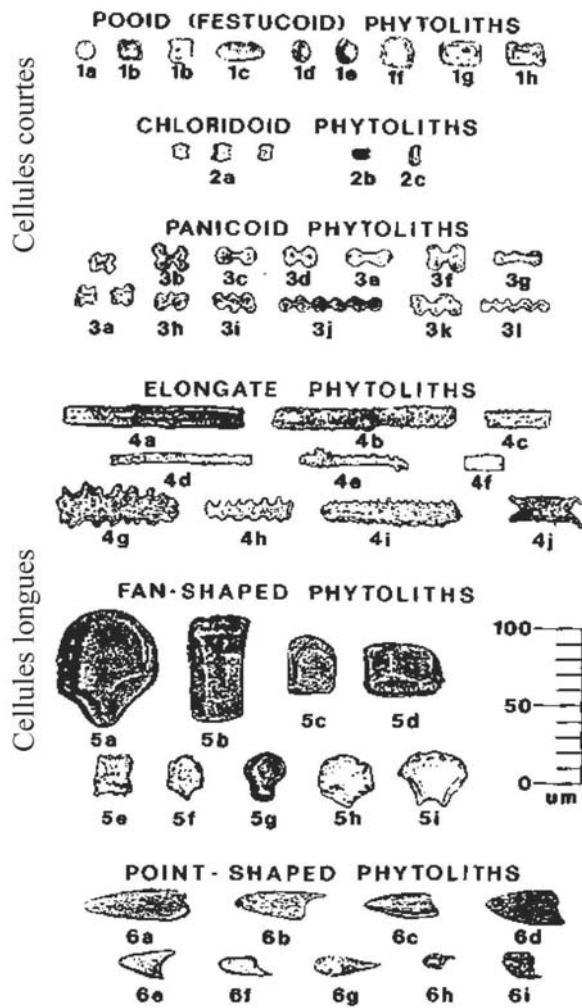


Fig. 3. Phytolithes de palmier.



L : cellule longue;  
S : stomate;  
Cc : cellule courte.

Fig. 4. Classification des phytolithes de graminées (Twiss, 1992) et organisation des cellules au niveau de l'épiderme (feuille de blé *Triticum vulgare* - Gross. X120 ; Prat, 1932).

en fonction d'un gradient écologique. Les festucoidées sont des plantes des régions froides et tempérées (la presque totalité des graminées d'Europe ; le blé, l'orge, l'avoine, etc.). Les panicoidées sont des plantes mieux adaptées aux conditions plus chaudes. Leur proportion dans la végétation augmente au fur et à mesure que l'on s'approche des tropiques. Les chloridoidées sont des plantes intertropicales, qui en plus de supporter la chaleur sont très bien adaptées à la sécheresse.

Il existe d'autres sous-familles de graminées, plus difficiles à reconnaître par leurs phytolithes, mais les spécialistes des régions concernées parviennent notamment à identifier les bambous (Strömberg, 2004).

Les cellules longues sont grandes et nombreuses. Elles sont faciles à observer dans les matériaux argileux, ce sont souvent elles qui permettent d'évaluer *a priori* la concentration en phytolithes.

On reconnaît plusieurs formes principales :

- Les cellules allongées, qui forment le squelette de la plante. Il s'agit de cellules épidermiques. Elles peuvent être à bord lisse, à bord sinueux ou de forme dendritique. On reviendra sur ces distinctions morphologiques qui peuvent avoir une importance dans une optique technologique.

- Les poils épidermiques sont parfois très nombreux. Ils peuvent être de grande taille.

- Enfin, les cellules bulliformes sont les cellules disposées le long des nervures (parallèles) sur les feuilles. Ces cellules sont capables de se remplir plus ou moins d'eau. Cette variation de la pression à l'intérieur des cellules bulliformes permet aux feuilles de se replier sur elles-mêmes pour éviter les trop fortes déperditions d'eau.

Si les phytolithes de graminées isolés ne permettent pas une détermination précise (au mieux la sous-famille dans le cas des cellules courtes, pour les cellules longues « graminées » sans plus de précision), des assemblages de phytolithes peuvent permettre d'aller plus loin. Les pâtes céramiques présentent l'intérêt de rendre possible la préservation des ensembles clos de phytolithes. La conservation des différentes cellules en connexion est un atout pour la détermination au genre ou à l'espèce. Plusieurs travaux, dont des études menées à la MAE, notamment par Aline Emery-Barbier (UMR ArScAn), proposent des critères de détermination, en particulier en ce qui concerne les céréales (Ball et Brotherson, 1996 ; Berlin et al., 2003,

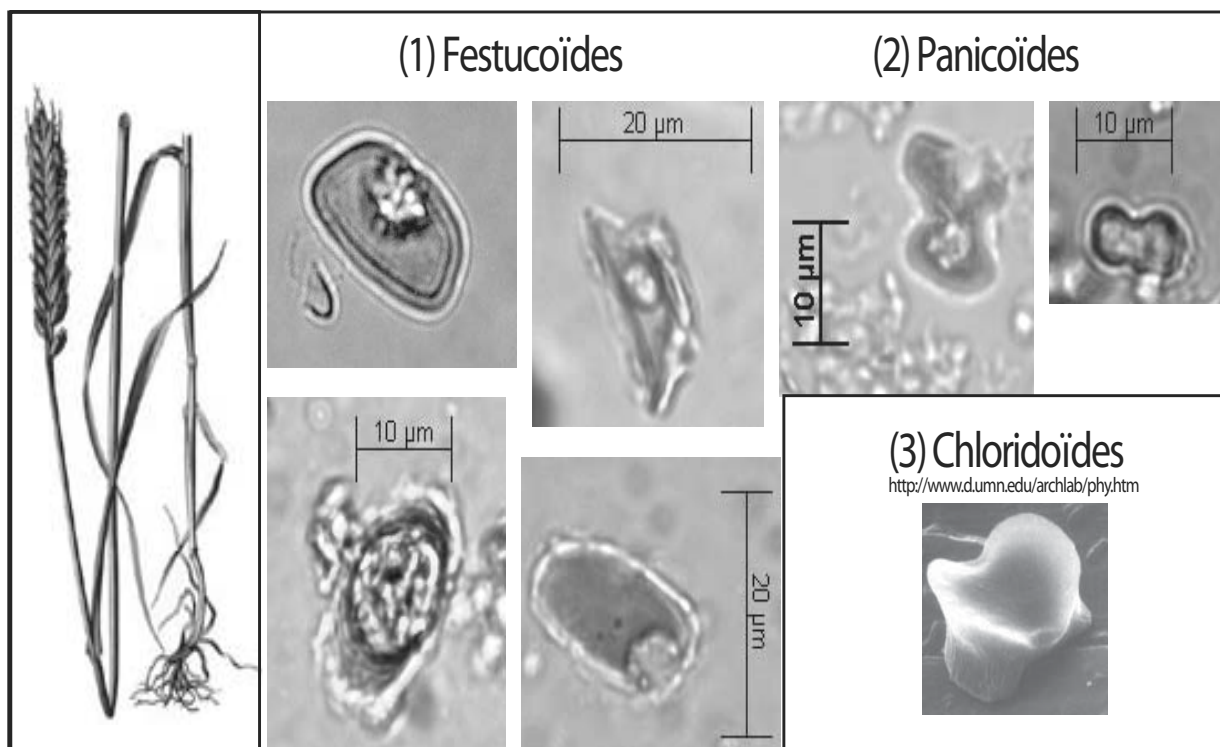


Fig. 5. Cellules courtes de graminées.

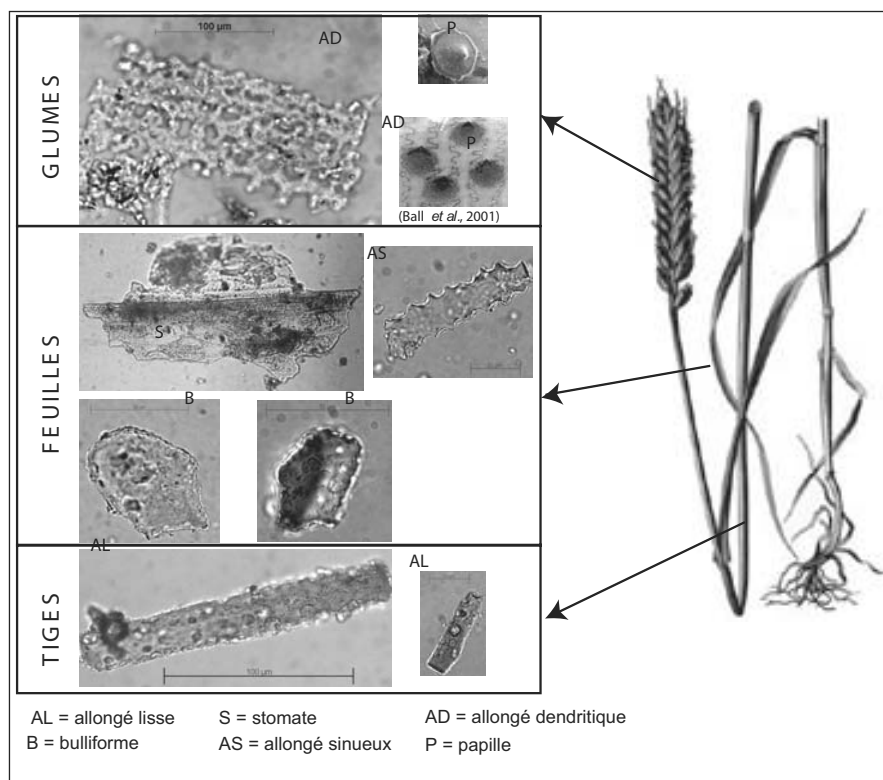


Fig. 6. Variation des formes produites en fonction de la partie de la plante, chez les graminées.

Emery-Barbier et Thiébault, 2005 ; Emery-Barbier, données non publiées).

Un des critères qui semble efficace est la forme des cellules dendritiques. Pour cela, il faut que plusieurs cellules soient conservées en connexion, car il est nécessaire d'observer les « vagues » qui se situent à la jonction entre deux cellules. La forme, l'écartement et la régularité de ces vagues peuvent permettre une détermination au genre et même à l'espèce. D'autres critères existent, basés sur la morphométrie des cellules courtes (pour le maïs, par exemple) ou sur la taille et la forme des cellules bulliformes (pour le riz, qui produit des cellules bulliformes particulièrement grandes et massives).

Détermination des différents organes de la plante. Au-delà de la détermination taxonomique, le grand avantage des phytolithes de graminées est qu'ils permettent de déterminer les différentes parties de la plante.

Les formes diffèrent selon que les phytolithes ont été produits au niveau de la tige, des feuilles ou des glumes/glumelles (Fig. 6).

Les cellules longues sont à bords lisses dans les tiges, souvent sinueuses dans les feuilles, et nettement dendritiques au niveau des glumes.

De la même façon, les cellules courtes, de formes variables selon les sous-familles dans les organes végétatifs (tiges et feuilles), se trouvent remplacées par des papilles au niveau des épis.

Enfin, les cellules bulliformes, dont la fonction a été décrite plus haut, ne sont produites qu'au niveau des feuilles.

#### 4. Potentiel de l'analyse phytolithique des dégraissants

Puisque les différentes parties des plantes produisent des assemblages phytolithiques reconnaissables, il est possible de proposer des interprétations quant à la forme sous laquelle la

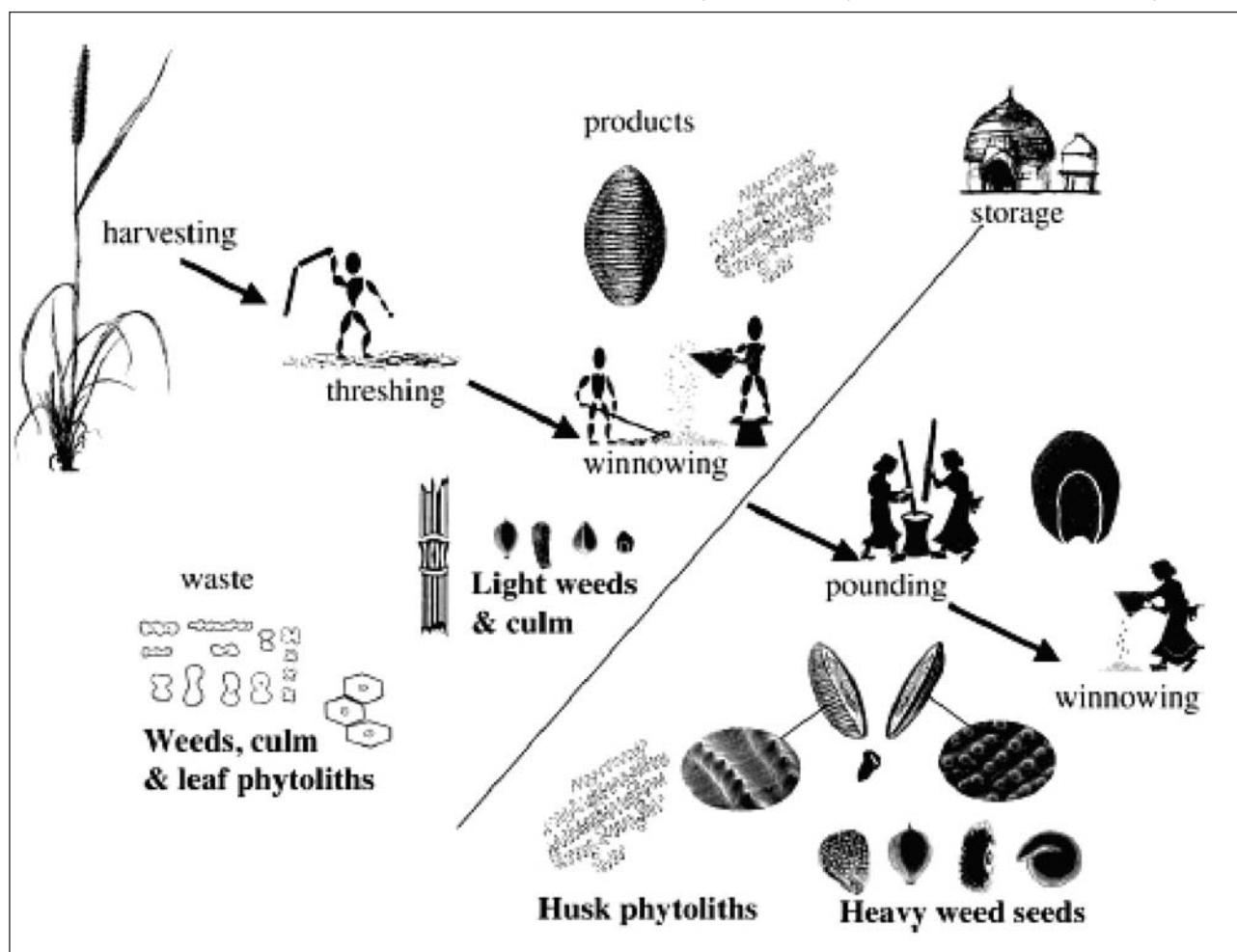


Fig. 7. Représentation schématique des principales étapes du traitement du millet montrant les produits et les déchets de chaque niveau (Harvey et Fuller, 2005).

plante a été ajoutée à la pâte : paille, résidus de traitement des céréales. E. Harvey et D. Fuller (2005) ont proposé un schéma des types de restes (macrorestes et phytolithes) produits à différentes étapes du traitement des céréales (Fig. 7). Cette étude concerne le blé et le riz, mais un référentiel comparable pourrait être fait pour toutes les autres céréales. Il permettrait une interprétation plus aisée et surtout plus sûre des assemblages phytolithiques en terme de système technique et donnerait accès au pan du système économique concernant les sous-produits agricoles, leur production, leur utilisation et leur valeur économique.

L'action mécanique des outils utilisés pour traiter ces sous-produits céréaliers peut aussi laisser des traces au niveau des phytolithes, qu'il semble possible, sinon d'identifier strictement, au moins de classer.

Un des premiers exemples proposés est la cassure caractéristique des tissus silicifiés par la pratique de dépicage au tribulum, décrite par P. Anderson (1998 ; Anderson et Chabot, 2000). De la même façon, les opérations de mouture ont pour conséquence un « écrasement » des bords des phytolithes (Procopiou *et al.*, 2002). La mastication de la balle des céréales par les herbivores coupe pour sa part les tissus silicifiés en fragments de module régulier, ce qui permet d'envisager de détecter une utilisation de crottin ou de fumier comme dégraissant (Delhon *et al.*, 2006).

En conclusion, les phytolithes restent les témoins archéobotaniques les mieux préservés et les plus fréquents dans les matériaux argileux. Dans la mesure où les graminées, et plus particulièrement les céréales, sont les végétaux les plus utilisés comme dégraissants, l'analyse des phytolithes contenus dans ce type de matériel présente un fort potentiel, à la fois pour la documentation de l'économie végétale (voire du paléoenvironnement) et pour la connaissance des systèmes techniques liés d'une part à la fabrication des objets étudiés, d'autre part aux activités agricoles.

## Références bibliographiques

- ANDERSON P. 1998. The history of harvesting and threshing techniques for cereals in the prehistoric Near East. In: DAMANIA A., VALKOUM J., WILLCOX G. et QUALSET C. (eds.) *The origin of agriculture and crop domestication*: 141-145. Alep: ICARDA/IPIGRI/GRCP/FAO.
- ANDERSON P. et CHABOT J. 2000. Functional analysis of glossed blades from Northern Mesopotamia in the Early Bronze Age (3000-2500 BC) : the case of Tell Atij. *Cahiers Archéologiques du CELAT*: 257-276.
- BALL T. et BROTHERRSON J. 1996. Identifying phytoliths produced by the inflorescence bracts of three species of wheat (*Triticum monococcum*, L.T., *T. dicoccum* Schrank and *T. aestivum* L.) using computer-assisted image and statistical analyses. *Journal of Archaeological Science* 23,4: 619-632.
- BARBONI D., BONNEFILLE R., ALEXANDRE A. et MEUNIER J.-D. 1999. Phytoliths as palaeoenvironmental indicator in the Middle Awash hominid site, Ethiopia. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 152: 87-100.
- BARTOLI F. 1981. *Le cycle biogénétique du silicium sur roche acide. Application à deux écosystèmes forestiers tempérés (Vosges)*. Thèse de Doctorat, Université Nancy I.
- BARTOLI F. et WILDING L. 1980. Dissolution of biogenic opal as a function of its physical and chemical properties. *Soil Science Society of America Journal*, 44, 4: 873-878.
- BERLIN A., BALL T., THOMPSON R., HERBERT S. 2003. Ptolemaic agriculture, "Syrian Wheat" and *Triticum aestivum*. *Journal of Archaeological Science*, 30, 1: 115-121.
- BOZARTH S. 1992. Classification of opal phytoliths formed in selected dicotyledon native to the Great Plains. In: RAPP G. et MULHOLLAND S. (eds.) *Phytolith systematics, emerging issues*: 193-214. New York: Plenum Press.
- BROWN D. 1984. Prospects and limits of a phytolith key for grasses in the Central United States. *Journal of Archaeological Science* 11, 4: 345-368.
- DELHON C. 2003. Analyse morphométrique des phytolithes des sédiments de l'île de Pâques, de plusieurs *Jubaea chilensis*, et d'un échantillon de *Juania australis*. In : ORLIAC C. et DELHON C. (eds), *Composition et évolution de la population de palmiers à l'île de Pâques*: 5-13. Rapport CNRS/Ministère des affaires étrangères.
- DELHON C., MARTIN L., THIEBAULT S. et ARGANT J. 2006. Multi-proxy archaeobotanical analysis of Neolithic dung from La Grande Rivoire (Isère, French Alps). Communication au VI<sup>th</sup> International Meeting on Phytolith Research, Barcelone, 12-15 septembre 2006.



- ELBAUM R., WEINER S. ALBERT R. M. et ELBAUM M. 2003. Detection of Burning of Plant Materials in the Archaeological Record by Changes in the Refractive Indices of Siliceous Phytoliths. *Journal of Archaeological Science* 30, 2 : 217-226.
- EMERY-BARBIER A. et THIÉBAULT S. 2005. Preliminary conclusions on the Late Glacial vegetation in south-west Anatolia (Turkey): the complementary nature of palynological and anthracological approaches. *Journal of Archaeological Science* 32, 8: 232-251.
- GEIS J.W. 1973. Biogenic silica in selected species of deciduous angiosperms. *Soil science* 116, 2: 113-119.
- HARVEY E. et FULLER D. 2005. Investigating crop processing using phytolith analysis: the example of rice and millets. *Journal of Archaeological Science* 32, 5: 739-752.
- HAYES E. 2005. *Evolution des choix de dégraissants dans la production des pâtes céramiques à Koumbi Saleh (Mauritanie, 5<sup>e</sup> – 15<sup>e</sup> siècle). Caractérisation des phases organiques par l'analyse des empreintes végétales et des phytolithes*. DEA Université Paris I.
- LEWIN J. et REIMANN B. 1969. Silicon and plant growth. *American Review of Plant Physiology* 20 : 289-304.
- MADELLA M., ALEXANDRE A. et BALL T. 2005. International Code for Phytolith Nomenclature 1.0. *Annals of Botany* 96: 253-260.
- MERCADER J., RUNGE F., VRYDAGHS L., DOUTRELEPONT H., EWANGO C. JUAN-TRESSERAS J. 2000. Phytoliths from archaeological sites in the tropical forest of Ituri, Democratic Republic of Congo. *Quaternary Research* 54: 102-112.
- MULHOLLAND S., RAPP G. et OLLENDORF A. 1988. Variation in phytoliths from corn leaves. *Canadian Journal of Botany* 66 : 2001-2008.
- MULHOLLAND S. 1989. Grass opal phytolith production: a basis for archaeological interpretation in the northern plains. *Archaeobotany through phytolith analysis symposium, Annual meeting of the soc. Amer. Archaeology, abstracts, The Phytolitharian Newsletter* 6, 1: 4.
- PIPERNO D. 1988. *Phytolith analysis: An archaeological and Geological Perspective*. San Diego: Academic Press.
- PROCOPIOU H., ANDERSON P., FORMENTI F. et JUAN-TRESSERAS J. 2002. Etude des matières transformées sur les outils de mouture : identification des résidus et des traces d'usure par analyse chimique et par observations en microscopie optique et électronique. In : PROCOPIOU H. et TREUIL R. (eds.) *Moudre et Broyer. L'interprétation fonctionnelle de l'outillage de mouture et de broyage dans la préhistoire et l'Antiquité. I- Méthodes, pétrographie, chimie, tracéologie, expérimentation, ethnoarchéologie*: 11-128. Paris : CTHS.
- ROVNER I. 1971. Potential of opal phytoliths for use in paleoecological reconstructions. *Quaternary Research* 1: 343-359.
- SANGSTER A. et HODSON M. 2001. Silicon and aluminium codeposition in the cell wall phytoliths of gymnosperm leaves. In: MEUNIER J.-D. et COLIN F. (eds.) *Phytoliths, Applications in Earth Sciences and Human History*: 346-355. Lisse: A.A. Balkema.
- SCURFIELD G., ANDERSON C. et SEGNET E. 1974. Silica in woody stems. *Australian Journal of Botany* 22 : 211-229.
- STRÖMBERG C. 2004. Using phytolith assemblages to reconstruct the origin and spread of grass-dominated habitats in the great plains of North America during the late Eocene to early Miocene. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 207, 3-4: 239-275.
- TWISS P. C. 1992. Predicted world distribution of C3 and C4 grass phytoliths. In: RAPP G. et MULHOLLAND S. (eds.) *Phytolith systematics emerging issues*: 113-128. New-York: Plenum Press.
- TWISS P. C., SUESS E. et SMITH R. 1969. Morphology classification of grass phytoliths. *Proceedings of the soil science society of America* 33 : 109-115.